

Garam industri aneka pangan



© BSN 2016

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Persyaratan mutu	1
5 Pengambilan contoh	1
6 Metode uji	2
7 Syarat lulus uji	12
8 Pengemasan.....	12
9 Syarat penandaan	12
Bibliografi	13



Prakata

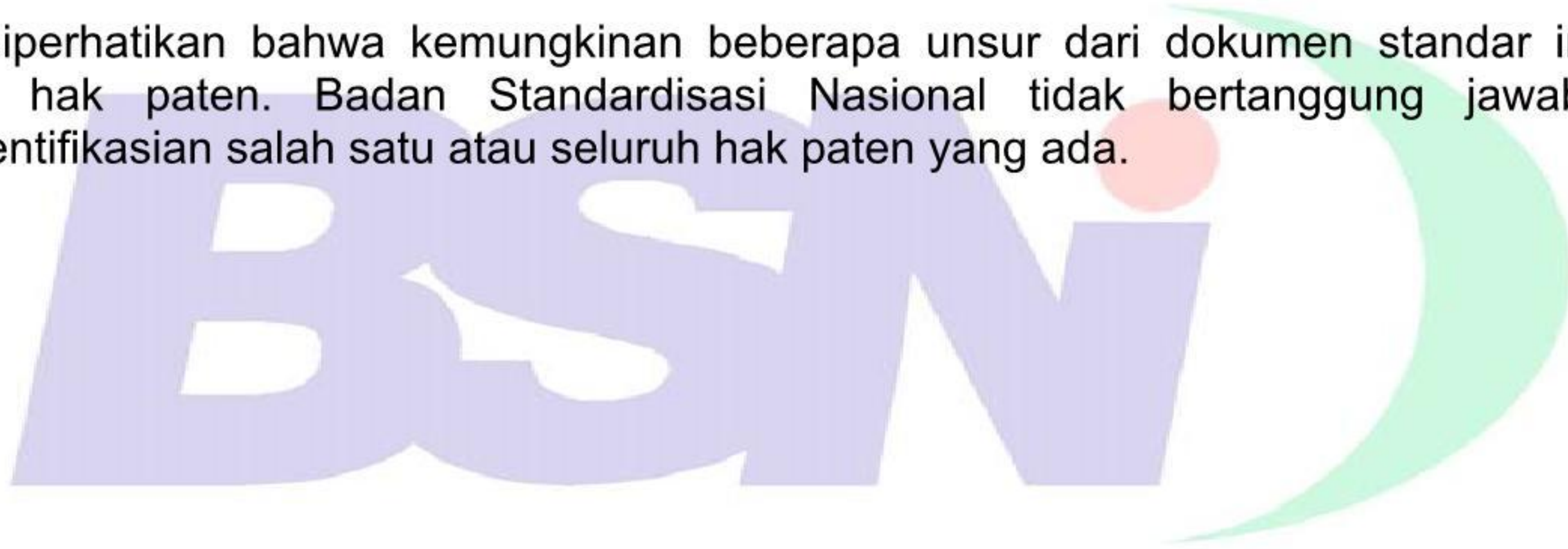
Standar Nasional Indonesia (SNI) 8207:2016, *Garam industri aneka pangan* ini merupakan standar baru.

Standar ini dirumuskan dengan tujuan:

1. Meningkatkan dan memberikan jaminan mutu produk dalam rangka perlindungan konsumen;
2. Meningkatkan produktivitas dan daya saing;
3. Mendukung ekspor industri non migas.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 71-02 Garam, dan telah dibahas melalui rapat teknis, dan disepakati dalam rapat konsensus pada tanggal 27 November 2014 di Jakarta yang dihadiri oleh wakil-wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, tenaga ahli, lembaga pengujian, lembaga ilmu pengetahuan dan teknologi dan institusi terkait lainnya. SNI ini juga telah melalui konsensus nasional yaitu jajak pendapat pada tanggal 27 April 2015 sampai dengan 29 Juni dengan hasil akhir disetujui dengan *negative vote* sehingga dilanjutkan dengan pemungutan suara pada tanggal 23 Februari 2016 sampai dengan 22 April 2016 dengan hasil akhir disetujui.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari dokumen standar ini dapat berupa hak paten. Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggung jawab untuk pengidentifikasian salah satu atau seluruh hak paten yang ada.



Garam industri aneka pangan

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan persyaratan mutu dan metode uji garam industri aneka pangan yang diproduksi oleh produsen pengolah garam.

2 Acuan normatif

Dokumen acuan berikut diperlukan untuk aplikasi standar ini. Acuan yang digunakan adalah edisi yang terakhir (termasuk setiap amandemen).

SNI 0428, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*

3 Istilah dan definisi

Untuk keperluan penggunaan dokumen ini, istilah dan definisi berikut ini berlaku.

3.1

garam industri aneka pangan

garam beriodium atau tidak beriodium digunakan sebagai bahan baku untuk industri aneka pangan

4 Persyaratan mutu

Persyaratan mutu garam industri aneka pangan sesuai Tabel 1.

Tabel 1 – Persyaratan mutu

No	Parameter uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar air	fraksi massa, %	maks. 0,5
2	Kadar natrium klorida (NaCl) adbk	fraksi massa, %	min. 97
3	Bagian yang tidak larut dalam air	fraksi massa, %	maks. 0,5
4	Kadar kalsium (Ca)	fraksi massa, %	maks. 0,06
5	Kadar magnesium (Mg)	fraksi massa, %	maks. 0,06
6	Kadar iodium sebagai KIO ₃	mg/kg	min. 30
7	Cemaran logam		
7.1	Kadmium (Cd)	mg/kg	maks. 0,5
7.2	Timbal (Pb)	mg/kg	maks. 10,0
7.3	Raksa (Hg)	mg/kg	maks. 0,1
7.4	Arsen (As)	mg/kg	maks. 0,1
CATATAN 1 fraksi massa adalah bobot/bobot.			
CATATAN 2 adbk adalah atas dasar bahan kering.			

5 Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 0428.

6 Metode uji

6.1 Kadar air

6.1.1 Prinsip

Kadar air dihitung berdasarkan bobot yang hilang selama pemanasan dalam oven pada temperatur $(110 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

6.1.2 Peralatan

- Oven dengan ketelitian $1 ^\circ\text{C}$;
- Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- Desikator yang berisi *silica gel*;
- Cawan petri.

6.1.3 Cara uji

- Panaskan cawan petri beserta tutupnya dalam oven pada temperatur $(110 \pm 2) ^\circ\text{C}$ selama lebih kurang satu jam dan dinginkan dalam desikator selama 20 menit sampai dengan 30 menit, kemudian timbang dengan neraca analitik (cawan petri dan tutupnya) (W_0);
- Masukkan 20 g contoh ke dalam cawan, tutup dan timbang (W_1);
- Panaskan cawan yang berisi contoh tersebut dalam keadaan terbuka dengan meletakkan tutup cawan di samping cawan di dalam oven pada temperatur $(110 \pm 2) ^\circ\text{C}$ selama dua jam;
- Tutup cawan ketika masih di dalam oven, pindahkan segera ke dalam desikator dan dinginkan selama 20 sampai dengan 30 menit kemudian timbang;
- Lakukan pemanasan kembali selama satu jam dan ulangi kembali penimbangan sehingga diperoleh bobot tetap (W_2); dan
- Hitung kadar air dalam contoh.

6.1.4 Perhitungan

$$\text{Kadar air (\%)} = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_0} \times 100$$

Keterangan:

- W_0 adalah bobot cawan kosong dan tutupnya, dinyatakan dalam gram (g);
 W_1 adalah bobot cawan, tutupnya dan contoh sebelum dikeringkan, dinyatakan dalam gram (g);
 W_2 adalah bobot cawan, tutupnya dan contoh sesudah dikeringkan, dinyatakan dalam gram (g).

6.2 Kadar natrium klorida (NaCl)

6.2.1 Prinsip

Pembentukan endapan AgCl menggunakan AgNO_3 dengan petunjuk kalium kromat dalam larutan netral atau sedikit basa.

6.2.2 Pereaksi

- Larutan perak nitrat AgNO_3 0,1 N
17 g AgNO_3 dilarutkan dalam 1.000 mL air suling;

- b. Indikator kalium kromat, K_2CrO_4 5%
5 g K_2CrO_4 dilarutkan dalam 100 mL air suling;
- c. Larutan asam sulfat H_2SO_4 1 N
Tuangkan sedikit-demi sedikit H_2SO_4 pekat (H_2SO_4 95-97%, bj 1,84) ke dalam gelas piala 300 mL yang berisi 100 mL air suling. Pindahkan ke dalam labu ukur 250 mL, dan encerkan sampai tanda garis;
- d. Larutan natrium hidroksida NaOH 4 N
160 g NaOH dilarutkan dengan air suling dalam gelas piala 300 mL. Tuangkan ke dalam labu ukur 1.000 mL, encerkan dengan air suling sampai tanda garis dan kocok sampai homogen;
- e. Larutan indikator fenolftalin
0,1 gram fenolftalin dilarutkan dengan alkohol 70% dalam labu ukur 100 mL sampai tanda garis dan kocok sampai homogen.

6.2.3 Peralatan

- a. Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- b. Buret dengan ketelitian 0,1 mL;
- c. Erlenmeyer 250 mL;
- d. Labu ukur 500 mL;
- e. Pipet volumetrik 10 mL;
- f. Gelas piala.

6.2.4 Cara uji

- a. Timbang contoh uji ± 50 g, tambahkan air suling 200 mL, aduk kemudian saring dan ditampung dalam labu ukur 500 mL, bilas dengan air suling dan tepatkan hingga tanda garis (larutan A);
- b. Pipet 2 mL larutan A ke dalam Erlenmeyer 250 mL;
- c. Asamkan dengan beberapa tetes H_2SO_4 1 N sampai larutan bereaksi asam terhadap indikator fenolftalin;
- d. Netralkan dengan NaOH 4 N;
- e. Encerkan dengan air suling sampai 100 mL;
- f. Tambahkan 1 mL larutan K_2CrO_4 5%; dan
- g. Titrasi dengan larutan $AgNO_3$ 0,1 N sampai terbentuk warna merah bata.

6.2.5 Perhitungan

6.2.5.1 Perhitungan kadar NaCl bahan asal

$$\text{Kadar NaCl bahan asal (\%)} = \frac{V \times N \times fp \times 58,5}{W} \times 100$$

Keterangan:

- V adalah volume $AgNO_3$ yang diperlukan pada penitrasi, yang dinyatakan dalam miliLiter (mL);
- N adalah normalitas $AgNO_3$;
- fp adalah faktor pengenceran;
- 58,5 adalah bobot molekul NaCl;
- W adalah bobot contoh uji, yang dinyatakan dalam milligram (mg).

6.2.5.2 Perhitungan kadar NaCl atas dasar bahan kering

$$\text{Kadar NaCl (adbk) (\%)} = \frac{100 \times X}{100 - \text{kadar air}}$$

Keterangan:

X adalah kadar NaCl bahan asal yang dinyatakan dalam persen (%).

6.3 Bagian yang tidak larut dalam air

6.3.1 Prinsip

Contoh uji dilarutkan dalam air suling dan disaring menggunakan penyaring gelas, kemudian dikeringkan dan ditimbang sebagai bagian yang tidak larut dalam air.

6.3.2 Perekasi

Larutan perak nitrat (AgNO_3) 5 g/L.

Larutkan 0,5 g AgNO_3 dengan air suling dalam labu ukur 100 mL, tambahkan 10 mL larutan asam nitrat pekat (HNO_3 , b.j = 1,40 g/mL). Encerkan dengan air suling dan tepatkan sampai tanda garis.

6.3.3 Peralatan

- Oven (110 ± 2) °C;
- Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- Desikator berisi *silica gel*;
- Gelas piala 600 mL;
- Pengaduk;
- Pemanas (*heater*);
- Labu ukur 1.000 mL;
- Penyaring gelas dengan diameter sekitar 30 mm dan porositas setara P10 atau P16 (indeks ukuran pori 4 µm sampai 16 µm).

6.3.4 Prosedur

- Timbang 100 g contoh uji (W), masukkan ke dalam gelas piala berukuran 600 mL;
- Tambahkan 350 mL air suling dan larutan dipanaskan sampai mendidih selama 30 menit sambil diaduk;
- Setelah contoh larut semua, larutan didinginkan sampai suhu ± 20 °C;
- Keringkan penyaring gelas dalam oven pada suhu (110 ± 2) °C selama 60 menit dan dinginkan dalam desikator selama (20 - 30) menit kemudian timbang sebagai bobot kosong (W_0);
- Saring larutan dengan melewati larutan melalui penyaring gelas dengan alat penghisap (vakum) ;
- Cuci endapan dalam penyaring gelas dengan menggunakan air suling 20 mL sebanyak 5 kali, sampai bebas klorida;

CATATAN Pengujian bebas klorida dilakukan dengan cara ambil ± 10 mL larutan filtrasi, tambahkan 10 mL larutan AgNO_3 5 g/L, jika larutan jernih berarti sudah bebas klorida.

- Keringkan penyaring gelas beserta isinya dalam oven pada suhu (110 ± 2) °C selama 60 menit dan dinginkan dalam desikator selama (20 - 30) menit kemudian timbang sebagai bobot sesudah pengeringan (W_1);

- h. Pindahkan air saringan ke dalam labu ukur 1.000 mL dan encerkan sampai tanda garis. Larutan ini akan digunakan untuk pengujian kalsium dan magnesium (Larutan A) (lihat 6.4.4 butir a);
- i. Hitung bagian yang tidak larut dalam air.

6.3.5 Perhitungan

$$\text{Bagian yang tidak larut dalam air (\%)} = \frac{W_1 - W_0}{W} \times 100$$

Keterangan:

- W adalah bobot contoh uji dinyatakan dalam gram (g);
- W₀ adalah bobot kosong penyaring gelas, dinyatakan dalam gram (g);
- W₁ adalah bobot akhir penyaring gelas, dinyatakan dalam gram (g).

6.4 Kadar kalsium (Ca) dan magnesium (Mg)

6.4.1 Prinsip

Atomisasi larutan contoh pada nyala N₂O – asetilena atau udara - asetilena setelah ditambahkan lantanum untuk mengurangi kemungkinan adanya interferensi, yang diukur absorbansinya menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 422,7 nm untuk kalsium dan 258,2 nm untuk magnesium.

6.4.2 Pereaksi

- a. Larutan asam klorida HCl pekat (37%);
- b. Larutan natrium klorida, NaCl 100 g/L
Larutkan 100 gram NaCl dengan air suling dalam labu ukur 1.000 mL, encerkan sampai tanda garis dan kocok sampai homogen;
- c. Larutan lantanum 5 g/L
Larutkan 5,9 g lantanum oksida (La₂O₃) dengan campuran 15 mL HCl pekat dan 15 mL air suling dalam labu ukur 1.000 mL, encerkan dan impitkan sampai tanda garis;
- d. Larutan baku kalsium 1.000 µg/mL (larutan baku I)
Timbang 2.497 mg kalsium karbonat yang sebelumnya telah dikeringkan dahulu kurang lebih selama 1 jam pada temperatur 250 °C dan didinginkan dalam desikator. Larutkan dengan campuran 20 mL HCl dan 20 mL air suling dalam labu ukur 1.000 mL, encerkan dan impitkan sampai tanda garis. Alternatif lain dapat menggunakan larutan baku kalsium 1.000 µg/mL siap pakai;
- e. Larutan baku kalsium 10 µg/mL (larutan baku II)
Pipet 10 mL larutan baku kalsium 1.000 µg/mL ke dalam labu ukur 1.000 mL, encerkan dan impitkan sampai tanda garis;
- f. Larutan baku magnesium 1.000 µg/mL (larutan baku I)
Larutkan 1 g magnesium (logam 99,95%) dalam gelas piala 200 ml dengan campuran 20 mL HCl pekat dan 20 mL air suling. Pindahkan ke dalam labu ukur 1.000 mL, encerkan dan impitkan sampai tanda garis. Alternatif lain dapat menggunakan larutan baku magnesium 1.000 µg/mL siap pakai;
- g. Larutan baku magnesium 10 µg/mL (larutan baku II)
Pipet 10 mL larutan baku magnesium 1.000 µg/mL ke dalam labu ukur 1.000 mL, encerkan dan impitkan sampai tanda garis.

6.4.3 Peralatan

- SSA yang dilengkapi dengan lampu katoda Ca dan lampu katoda Mg;
- Labu ukur 100 mL;
- Pipet ukur.

6.4.4 Cara uji

- Pipet 20 ml larutan A (air saringan pada pengujian bagian yang tidak larut dalam air, lihat 6.3.4 butir h), tambahkan 2 mL HCl dan tambahkan 20 mL larutan lanthanum (jika menggunakan SSA dengan nyala udara-asetilena) ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dan tepatkan sampai tanda garis;
- Larutan baku kerja
Buat 5 deret standar larutan baku kerja seperti pada Tabel 2, tambahkan 20 mL larutan natrium klorida, 2 mL asam klorida, dan larutan baku kalsium dan magnesium II (dengan jumlah seperti pada Tabel 2) ke dalam labu ukur 100 mL, jika menggunakan nyala udara-asetilena tambahkan 20 mL larutan lanthanum, encerkan dan tepatkan sampai tanda garis.

Tabel 2 - Komposisi dan konsentrasi larutan kalibrasi

Larutan kalibrasi	Larutan baku II, mL		Konsentrasi, µg/mL	
	Ca	Mg	Ca	Mg
1(*)	0	0	0	0
2	2	0,4	0,2	0,04
3	5	1	0,5	0,1
4	10	2	1	0,2
5	20	4	2	0,4
(*) larutan kalibrasi nol				

- Baca absorbans deret larutan kalibrasi (no. 1 sampai no. 5), larutan blanko, larutan contoh, dan larutan kalibrasi;
- Buat kurva kalibrasi antara konsentrasi kalsium atau magnesium (mg/L) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- Plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi;
- Hitung kandungan kalsium dan magnesium dalam contoh.

6.4.5 Perhitungan

$$\text{Kadar Ca dalam contoh (mg/kg)} = \frac{C}{W} \times V \times fp$$

$$\text{Kadar Mg dalam contoh (mg/kg)} = \frac{C}{W} \times V \times fp$$

Keterangan:

- C adalah konsentrasi logam dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam mikrogram per milimeter (µg/mL);
 V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam milimeter (mL);
 W adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g);
 fp adalah faktor pengenceran.

6.5 Kadar iodium sebagai KIO_3

6.5.1 Prinsip

Titration iodine free on the sample solution using sodium tiosulfate with indicator amilum.

6.5.2 Pereaksi

- Larutan baku natrium tiosulfat, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0,005 N
1,24 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dengan air suling dalam labu ukur 1.000 mL encerkan sampai tanda garis dan kocok sampai homogen;
- Larutan asam sulfat, H_2SO_4 2 N
Tambahkan sedikit demi sedikit 6 mL H_2SO_4 pekat (95% - 97%, bj 1,84) ke dalam gelas piala 300 mL yang berisi 90 mL air suling. Pindahkan ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan sampai tanda garis dan kocok sampai homogen;
- Larutan kalium iodida, KI 10%
100 g KI dilarutkan dengan air suling dalam labu ukur 1.000 mL, tepatkan sampai tanda garis dan kocok;
- Larutan indikator amilum
1 g amilum dilarutkan dengan 100 mL air suling dalam gelas piala 300 mL, kemudian panaskan sampai mendidih dan dinginkan.

6.5.3 Peralatan

- Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- Mikroburet 5 mL dengan ketelitian 0,01 mL;
- Erlenmeyer tutup asah 300 mL;
- Pipet volumetrik berukuran 2 mL dan 5 mL.

6.5.4 Cara uji

- Timbang teliti 25 g contoh uji, masukkan ke dalam erlenmeyer 300 mL;
- Larutkan dengan 50 mL air suling;
- Tambahkan 2 mL H_2SO_4 2 N, 5 mL larutan KI 10%, kemudian letakkan dalam tempat yang gelap selama 10 menit untuk mencapai reaksi yang optimal;
- Titration menggunakan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0,005 N hingga warna kuning hilang, kemudian tambahkan 2 mL indikator amilum dan lanjutkan titration hingga ada perubahan warna dari biru gelap menjadi tidak berwarna (jernih).

6.5.5 Perhitungan

6.5.5.1 Perhitungan kadar KIO_3 bahan asal

$$\text{Kadar } \text{KIO}_3 \text{ bahan asal (mg/kg)} = \frac{V \times 35,67 \times N \times 1.000}{W}$$

Keterangan:

- V adalah volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ yang diperlukan pada penitrasi, dinyatakan dalam miliLiter (mL);
 N adalah normalitas $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
 W adalah bobot contoh uji, dinyatakan dalam gram (g);
 35,67 adalah berat setara KIO_3 .

6.5.5.2 Perhitungan kadar KIO_3 bahan kering

$$\text{Kadar } \text{KIO}_3 \text{ atas dasar bahan kering (mg/kg)} = \frac{100 \times X}{100 - \text{kadar air}}$$

Keterangan:

X adalah kadar KIO_3 bahan asal

6.6 Cemaran logam

6.6.1 Kadmium (Cd) dan timbal (Pb)

6.6.1.1 Prinsip

Contoh uji dilarutkan dengan air suling dan dianalisa dengan menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang maksimal 228,8 nm untuk kadmium (Cd) dan 283,3 nm untuk timbal (Pb).

6.6.1.2 Pereaksi

- Larutan asam nitrat, HNO_3 pekat (65 %, bj 1,4);
- Air suling dengan dua kali penyulingan;
- Larutan baku 1.000 $\mu\text{g/mL}$ Cd dan Pb
Larutkan 1 g Cd dan begitu juga untuk larutan standar Pb dengan 7 mL HNO_3 pekat dalam gelas piala 250 mL, masukkan ke dalam labu ukur 1.000 mL, encerkan dengan air suling dan tepatkan sampai tanda garis. Alternatif lain, bisa digunakan larutan baku Cd dan atau Pb 1.000 $\mu\text{g/mL}$ siap pakai;
- Larutan baku 50 $\mu\text{g/mL}$ Cd dan Pb
Pipet 5 mL larutan baku 1.000 $\mu\text{g/mL}$ Cd atau Pb ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan air suling dan tepatkan sampai tanda garis. Kocok sampai homogen. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi Pb dan Cd 50 $\mu\text{g/mL}$;
- Larutan baku kerja Cd dan Pb
Pipet ke dalam labu ukur 100 mL masing-masing 0 mL; 0,2 mL; 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 3 mL dan 4 mL larutan baku 50 $\mu\text{g/mL}$, kemudian tambahkan 5 mL larutan HNO_3 1 N atau HCl 6 N encerkan dengan air suling dan tepatkan sampai tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kerja ini mempunyai konsentrasi 0 $\mu\text{g/mL}$; 0,1 $\mu\text{g/mL}$; 0,25 $\mu\text{g/mL}$; 0,5 $\mu\text{g/mL}$; 1,0 $\mu\text{g/mL}$; 1,5 $\mu\text{g/mL}$ dan 2 $\mu\text{g/mL}$ Cd dan Pb.

6.6.1.3 Peralatan

- Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) lengkap dengan lampu Cd dan Pb;
- Pipet volumetri atau mikro buret;
- Labu ukur 100 mL;
- Gelas ukur;
- Gelas piala 400 mL.

6.6.1.4 Cara uji

- Timbang dengan teliti 10 g contoh uji, masukkan ke dalam gelas piala 400 mL, larutkan dengan 100 mL air suling, asamkan dengan HNO_3 pekat sampai pH <2, masukkan ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan air suling dan tepatkan sampai tanda garis dan dikocok;

- Siapkan larutan blanko (tanpa contoh) dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama dengan contoh uji;
- Baca absorbans larutan baku kerja dan larutan contoh terhadap blanko menggunakan SSA pada panjang gelombang maksimum sekitar 228,8 nm untuk Cd dan 283,3 nm untuk Pb;
- Buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam ($\mu\text{g/mL}$) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- Plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C);
- Hitung kandungan logam (Cd dan Pb) dalam contoh.

6.6.1.5 Perhitungan

$$\text{Kadar logam Pb atau Cd (mg/kg)} = \frac{C}{W} \times V \times fp$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi logam dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam mikrogram per miliLiter ($\mu\text{g/mL}$);

V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam miliLiter (mL);

W adalah bobot contoh uji, dinyatakan dalam gram (g);

fp adalah faktor pengenceran.

6.6.1.6 Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan deviasi (RSD) maksimal 16%. Jika RSD lebih besar dari 16%, maka analisa harus diulang.

6.6.2 Raksa (Hg)

6.6.2.1 Prinsip

Pelarutan contoh uji dalam campuran air suling, natrium klorat dan asam klorida. Oksidasi dengan klorin mengubah semua bentuk merkuri menjadi ion merkuri (II). Reaksi antara senyawa merkuri dengan SnCl_2 dalam keadaan asam akan membentuk gas atomik Hg. Jumlah Hg yang terbentuk sebanding dengan absorbansi Hg yang dibaca menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) tanpa nyala pada panjang gelombang maksimum 253,7 nm.

6.6.2.2 Pereaksi

- Natrium klorida yang kandungan merkuri kurang dari 20 $\mu\text{g/kg}$;
- Asam klorida, HCl 6 mol/L (campuran azeotropik)
Tambahkan sedikit demi sedikit 5 ml H_2SO_4 pekat ke dalam 500 mL air suling campurkan dengan 500 ml HCl pekat (37%);
- Larutan natrium klorat, NaClO_3 100 g/L
100 g NaClO_3 dilarutkan dengan air suling dalam labu ukur 1.000 mL dan tepatkan sampai tanda garis;
- Larutan kalium dikromat, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 4 g/L
Larutkan 4 g kalium dikromat dalam gelas piala 1.000 mL dengan 500 mL air suling, tambahkan 500 mL asam nitrat, HNO_3 pekat (65%). Tuangkan ke labu ukur 1.000 mL, encerkan dengan air suling sampai tanda garis dan kocok sampai homogen;
- Timah (II) klorida, SnCl_2 100 g/L
Larutkan 25 g timah (II) klorida dihidrat dengan 50 mL HCl pekat (37%) hangat dalam gelas piala 300 mL. Sesudah dingin tambahkan 1-2 g logam timah. Encerkan dengan air suling dalam labu ukur 250 mL sampai tanda garis dan kocok sampai homogen;

- f. Larutan hidroksilamonium klorida, $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ 100 g/L
10 g $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ dilarutkan dengan air suling dalam labu ukur 100 mL, encerkan sampai tanda garis dan kocok sampai homogen;
- g. Larutan baku 1.000 $\mu\text{g/mL}$ Hg
Larutkan 1,354 g merkuri (II) klorida (HgCl_2) dalam 50 mL asam klorida dan tambahkan 50 mL larutan kalium dikromat. Pindahkan ke dalam labu ukur 1.000 mL, encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Simpan larutan ini di tempat yang dingin dan gelap. Larutan ini hanya bertahan dua bulan. Alternatif lain dapat menggunakan larutan baku Hg 1.000 $\mu\text{g/mL}$ siap pakai;
- h. Larutan baku 1 $\mu\text{g/mL}$ Hg
Pipet 1 mL larutan baku 1.000 $\mu\text{g/mL}$ Hg ke dalam labu ukur 1.000 mL, tambahkan 50 mL larutan kalium dikromat, encerkan dengan air suling sampai tanda garis dan kocok sampai homogen;
- i. Larutan baku kerja Hg
Pipet masing-masing 0 mL; 0,5 mL; 1,0 mL; 1,5 mL; 2,0 mL; dan 3 mL larutan baku 1 $\mu\text{g/mL}$ Hg ke dalam erlemeyer 100 mL.

6.6.2.3 Peralatan

- a. Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) yang dilengkapi dengan lampu katoda Hg dan generator uap hidrida (HVG);
- b. Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- c. Erlemeyer 100 mL;
- d. Pipet volumetri atau mikro buret;
- e. Pemanas (*heater*);
- f. Labu ukur 100 mL.

6.6.2.4 Cara uji

- a. Timbang 10 g contoh uji, larutkan dengan 30 mL air suling dalam erlemeyer 100 mL tambahkan 4 buah batu didih, 4 mL larutan HCl dan 3 mL larutan natrium klorat. Panaskan sampai mendidih selama 5 menit. Sesudah dingin tuangkan ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan air suling sampai tanda garis dan kocok sampai homogen;
- b. Siapkan larutan blanko dan larutan kerja Hg dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama dengan contoh uji;
- c. Pipet larutan kerja, larutan blanko dan larutan contoh masing-masing 10 mL ke dalam botol reaksi, tambahkan 3 mL larutan $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$, encerkan dengan air suling sampai tanda garis (60 mL) dan tambahkan 2 mL larutan SnCl_2 ;
- d. Baca absorbansi larutan kerja baku dan larutan contoh terhadap blanko dengan menggunakan SSA pada panjang gelombang maksimum 257,3 nm;
- e. Buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam ($\mu\text{g/mL}$) sebagai sumbu X dan absorbansi sebagai sumbu Y;
- f. Plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi;
- g. Hitung kadar Hg.

6.6.2.5 Perhitungan

$$\text{Kandungan Hg (mg/kg)} = \frac{C}{W} \times V \times fp$$

Keterangan:

- C adalah konsentrasi logam dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam mikrogram per miliLiter ($\mu\text{g/mL}$);
- V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam miliLiter (mL);
- W adalah bobot contoh uji, dinyatakan dalam gram (g);

fp adalah faktor pengenceran.

6.6.3 Arsen (As)

6.6.3.1 Prinsip

Contoh uji didestruksikan dengan asam menjadi larutan arsen. Larutan As^{5+} direduksi dengan KI menjadi As^{3+} dan direaksikan dengan NaBH_4 atau SnCl_2 sehingga terbentuk AsH_3 yang kemudian dibaca dengan SAA pada panjang gelombang 193,7 nm.

6.6.3.2 Pereaksi

- Natrium hidroksida, NaOH ;
- Asam klorida, HCl pekat (37%);
- Natrium boron hidrida, NaBH_4
Larutkan 3 g NaBH_4 dan 3 g NaOH dengan air suling dalam labu ukur 500 mL encerkan dan tepatkan sampai tanda garis;
- Asam klorida, HCl 8 M
Larutkan 66 mL HCl 37% ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan air suling sampai tanda garis;
- Timah (II) klorida, $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 10%
Timbang 50 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ke dalam piala gelas 200 mL, tambahkan 100 mL HCl pekat (37%). Panaskan hingga larutan jernih dan dinginkan. Masukkan ke dalam labu ukur 500 mL, encerkan dengan air suling dan tepatkan sampai tanda garis;
- Kalium iodida, KI 20%
Timbang 20 g KI ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan air suling dan tepatkan sampai tanda garis (larutan harus langsung sebelum digunakan);
- Larutan baku 1.000 $\mu\text{g/mL}$ As
Larutkan 1,3203 g As_2O_3 kering dengan sedikit NaOH 20% dan netralkan dengan HCl atau HNO_3 1:1. Masukkan ke dalam labu ukur 1.000 mL dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis. Alternatif lain dapat menggunakan larutan baku 1.000 $\mu\text{g/mL}$ As siap pakai;
- Larutan baku 100 $\mu\text{g/mL}$ As
Pipet 10 mL larutan baku 1.000 $\mu\text{g/mL}$ As ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling hingga tanda garis;
- Larutan baku 1 $\mu\text{g/mL}$ As
Pipet 1 mL larutan baku 100 $\mu\text{g/mL}$ As ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling hingga tanda garis;
- Larutan baku kerja As
Pipet masing-masing 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 4,0 mL dan 5,0 mL larutan baku 1 $\mu\text{g/mL}$ As ke dalam labu ukur 100 mL. Encerkan dengan air suling hingga tanda garis kemudian kocok hingga larutan homogen. Larutan baku kerja ini mempunyai konsentrasi 0,01 $\mu\text{g/mL}$; 0,02 $\mu\text{g/mL}$; 0,03 $\mu\text{g/mL}$; 0,04 $\mu\text{g/mL}$ dan 0,05 $\mu\text{g/mL}$ As.

6.6.3.3 Peralatan

- Spektrofotometer serapan atom (SSA) yang dilengkapi dengan lampu katoda Hg dan generator uap hidrida (HVG);
- Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- Labu ukur 100 mL dan 500 mL;
- Gelas piala 400 mL.

6.6.3.4 Cara uji

- Timbang dengan teliti 10 g contoh uji, masukkan ke dalam gelas piala 400 mL, larutkan dengan 100 mL air suling, asamkan dengan HNO_3 pekat sampai pH <2, masukkan ke dalam labu ukur 500 mL dan encerkan sampai tanda garis. Kocok sampai larutan homogen;
- Siapkan larutan blanko dan larutan kerja dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh uji;
- Tambahkan larutan pereduksi NaBH_4 ke dalam larutan kerja As, larutan contoh dan larutan blanko pada alat HVG;
- Baca absorbansi larutan kerja larutan contoh dan larutan blanko menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang 193,7 nm;
- Buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam ($\mu\text{g/mL}$) sebagai sumbu X dan absorbansi sebagai sumbu Y;
- Plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi;
- Hitung kadar As dalam contoh.

6.6.3.5 Perhitungan

$$\text{Kandungan Arsen (mg/kg)} = \frac{C}{W} \times V \times fp$$

Keterangan:

- C adalah konsentrasi logam dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam mikrogram per miliLiter ($\mu\text{g/mL}$);
 V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam miliLiter (mL);
 W adalah bobot contoh uji, dinyatakan dalam gram (g);
 fp adalah faktor pengenceran.

7 Syarat lulus uji

Produk dinyatakan lulus uji apabila memenuhi persyaratan mutu Pasal 4.

8 Pengemasan

Produk garam industri aneka pangan dikemas dalam wadah yang tertutup rapat, kuat, tidak dipengaruhi atau mempengaruhi isi dan aman selama transportasi dan penyimpanan sesuai ketentuan mengenai pengemasan yang berlaku.

9 Syarat penandaan

Syarat penandaan pada kemasan garam industri aneka pangan sesuai dengan ketentuan pelabelan yang berlaku.

Bibliografi

ASTM E534-98 , *Standard Test Methods for Chemical Analysis of Sodium Chloride*

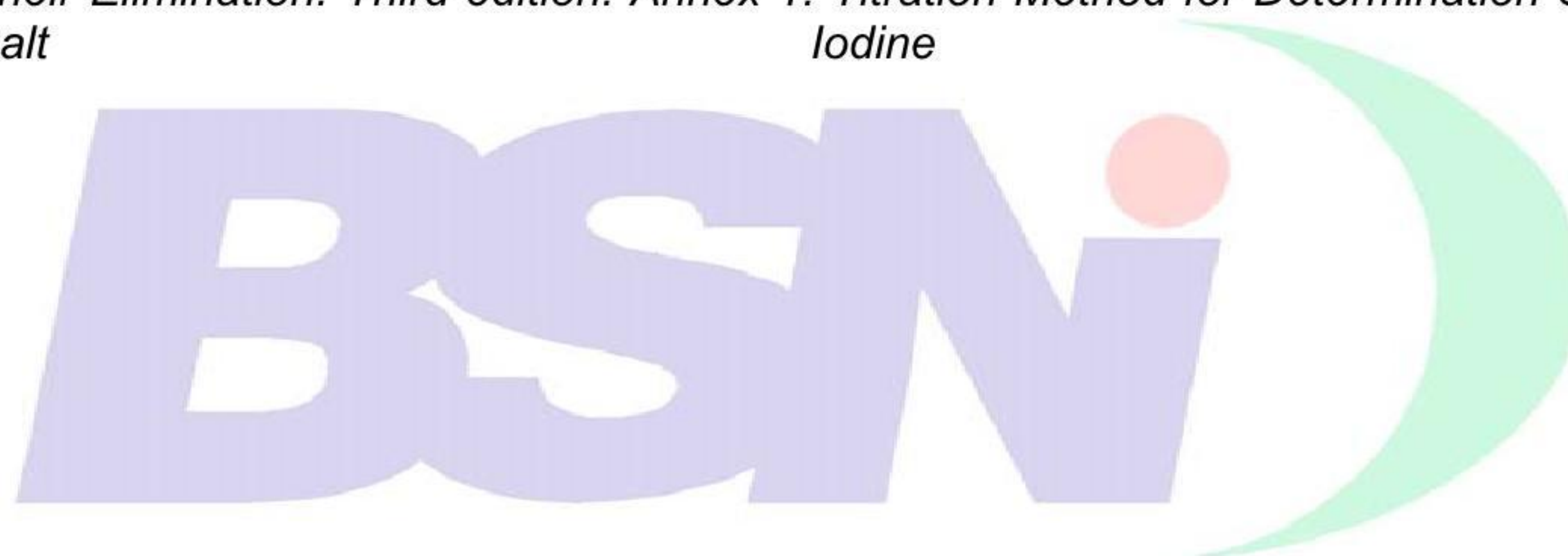
EuSalt/AS 012-2005, *Sodium Chloride –Analytical Standard, Determination of Total Mercury, Flameless Atomic Absorbtion Spectrometric Method*

EuSalt/AS 009-2005, *Sodium Chloride –Analytical Standard, Determination of Calcium and Magnesium, Flame Atomic Absorption Spectrometric Method*

ISO 2479:1972, *Sodium chloride for industrial use- Determination of matter insoluble in water or in acid and preparation of principle solution for other determinations*

Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia No.HK.00.06.1.52.4011 Tahun 2009 tentang Batas Maksimum Cemarkan Mikroba dan Kimia dalam Makanan

WHO/UNICEF/ICCIDD Method – *Assesment of Iodine Deficiency Disorders and Monitoring Their Elimination. Third edition. Annex 1: Titration Method for Determination Salt Iodate and Salt Iodine Content.*





Informasi pendukung terkait perumus standar

[1] Komite Teknis perumus SNI

Komite Teknis 71-02 Garam

[2] Susunan keanggotaan Komite Teknis perumus SNI

Ketua : Muhammad Khayam
Sekretaris : Abdullah A. B. (2015-2016)
Sutijono Ontorikso (2014)
Anggota : Retno Yunilawati
Setiadi
Yeni Restianti
Sularsi
Wahyudi
Agus Tonny Winarko
Arya Yudistira
Sanny Tan
Bambang Marwoto
Bambang Srijanto
Buchari A.K
Warsiti
Thamrin T

[3] Konseptor rancangan SNI

Susianingsih

[4] Sekretariat pengelola Komite Teknis perumus SNI

Direktorat Industri Kimia Hulu
Direktorat Jenderal Industri Kimia, Tekstil dan Aneka
Kementerian Perindustrian